

L'organisme  
scientifique français  
spécialisé en  
agronomie tropicale

**Etude de la farine de coton par DSC :  
II - Influence de la teneur en eau et de la quantité  
de lipides dans des pâtes.**

F. Bonfils  
V. Vialettes  
C. Marquié

Juin 1999

## **TABLE DES MATIÈRES.**

I - Introduction .....	3
II - Résultats obtenus. ....	4
III - Conclusion. ....	9
IV - Références. ....	9
Annexe 1 : Préparation des pâtes .....	10
Annexe 2 : Procédure utilisée en DSC (PROCDSC1) .....	12
Annexe 3 : Ensemble des résultats obtenus .....	13

## I - INTRODUCTION.

L'Analyse Enthalpique Différentielle (AED), ou Differential Scanning Calorimetry (DSC), est la technique la plus utilisée pour l'analyse des transitions énergétiques dans un polymère. Elle permet de mesurer la chaleur dégagée, ou absorbée, lorsqu'un matériau subit un changement d'état physique ou chimique. On mesure alors le gradient de puissance électrique nécessaire pour maintenir l'échantillon et le témoin (référence) à la même température. Le système est dit à compensation de puissance.

Le phénomène de transition vitreuse est le principal changement d'état intervenant dans les polymères amorphes. Il correspond au passage d'un état liquide surfondu à un état vitreux lors du refroidissement dans la région de la température de transition vitreuse ( $T_g$ ). Bien que ce phénomène ne corresponde pas à une transition de phase au sens thermodynamique du terme [1], il se manifeste par une variation importante des propriétés dimensionnelles, mécaniques, thermiques . . .

La DSC a également été très utilisée pour évaluer la cinétique de réticulation de différents systèmes : la vulcanisation des élastomères [2, 3], la réticulation des résines phénol - formaldéhyde [4-5]. Cette technique est aussi employée pour l'étude des cinétiques de thermo-oxydation des polymères, l'efficacité des antioxydant, etc.

En ce qui concerne le domaine des protéines, de nombreuses études ont été réalisées par DSC pour prédire la température de dénaturation [6-8], pour étudier le comportement thermique du gluten [9] ou de farines de graines de légumineuses [10], ou l'effet plastifiant de l'eau sur la gélatine [11].

Les nombreuses opportunités de cette technique nous ont donc conduit à étudier le comportement thermique de la farine de graines de cotonnier par DSC. En effet, la valorisation de ce co-produit de la filière coton, pour la fabrication de matériaux biodégradables, implique une connaissance approfondie du comportement thermique du produit ( $T_g$ , température de dégradation, température de dénaturation, cinétique de réticulation).

La première étude réalisée [12] avait permis de mettre en évidence l'effet très significatif de la teneur en eau sur les caractéristiques thermiques mesurées. L'augmentation de la teneur en eau dans la farine avait pour conséquences :

- un déplacement des pics 2 et 3 vers les basses températures (Figure 1),
- une augmentation de la variation d'enthalpie ( $\Delta H$ ).

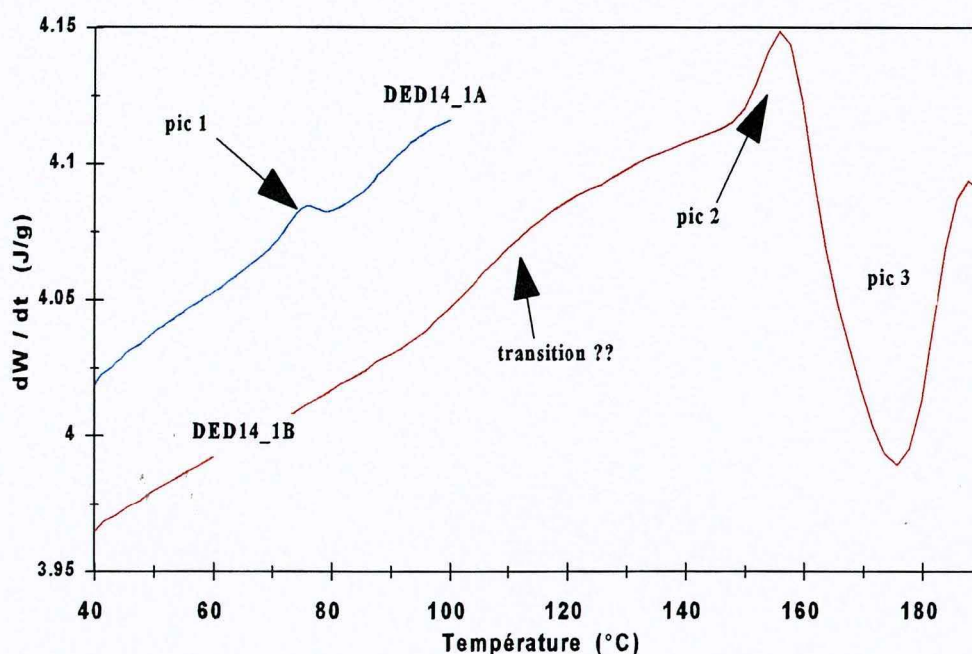
Cette étude avait été réalisée avec deux taux d'humidité seulement.

Dans la présente étude, nous nous sommes intéressé à l'influence de la **teneur en eau**, et la présence ou non **des lipides**, sur le comportement thermique d'échantillons conditionnés sous forme de pâtes. Ces pâtes ont été préparées par malaxage de farines de coton glandées lipidées ou délipidées dans un mélangeur (cf. Annexe 1). Deux paramètres ont donc été étudiés :



- 1 - lipides, 2 niveaux (présence ou absence),
- 2 - teneur en eau de la pâte, 6 niveaux (teneur en eau théorique : 2,5 %, 10 %, 15 %, 20 %, 30 % et 40 %).

Les échantillons ont été chauffés en DSC de 25°C à 100°C à raison de 10°C / min (rampe 1, échantillon A, figure 1). Le four est ensuite refroidi jusqu'à 25°C, et le même échantillon est à nouveau chauffé de 25°C à 190°C (ou 150°C) à raison de 10°C / min (rampe 2, échantillon B, figure 1). La procédure détaillée utilisée en DSC est décrite dans l'annexe 2.



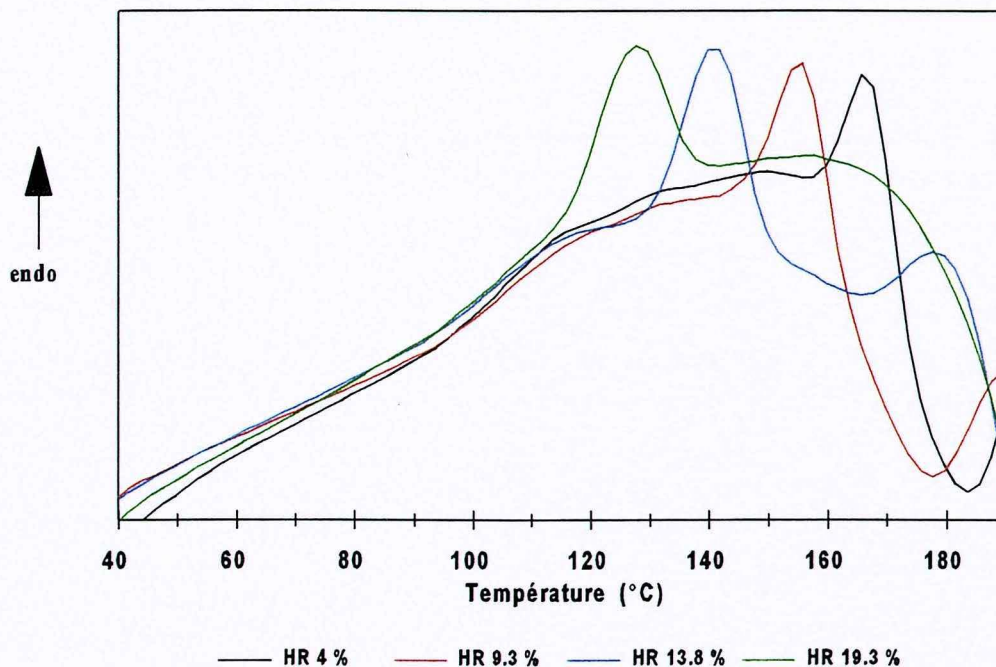
**Figure 1 :** Thermogrammes obtenus pour la farine galdée lipidée.

## **II - RÉSULTATS OBTENUS.**

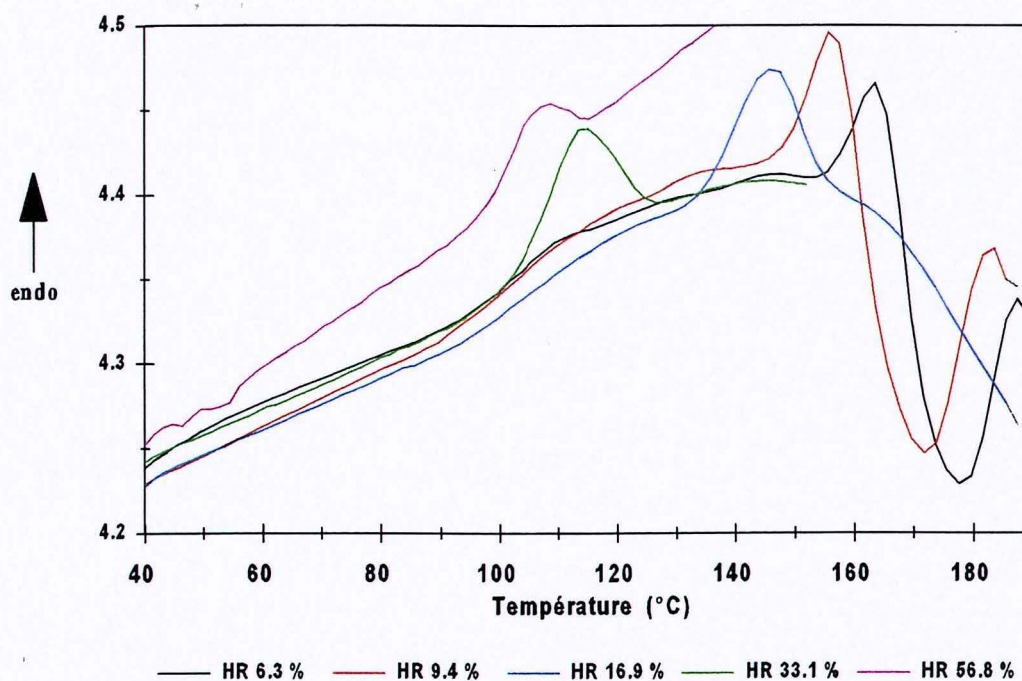
Le pic 1, attribué à la dénaturation, n'est présent que pour les deux échantillons témoins, échantillons qui n'ont pas subi le traitement au mélangeur. Il est possible que le traitement dans le malaxeur est en partie dénaturée les protéines.

La transition présente à une température de l'ordre de 100°C (figure 1) est indépendante de la teneur en eau et du taux de lipides (figure 2 et 3).

En ce qui concerne le pic 3, pic exothermique supposé lié à de la combustion (dégradation), son étude a été laissée de côté pour le moment. En effet, pour des teneurs en eau supérieures à 15 %, les capsules "DSC" explosent au delà de 150°C. Pour ces teneurs en eau les montées en température ont donc été arrêtées à 150°C, ce qui ne permet pas d'accéder aux paramètres liés au pic 3.



**Figure 2 :** Influence de la teneur en eau sur le comportement thermique de pâtes obtenues à partir d'une farine gèrèdè non dèlipidèe.



**Figure 3 :** Influence de la teneur en eau sur le comportement thermique de pâtes obtenues à partir d'une farine gèrèdè dèlipidèe.

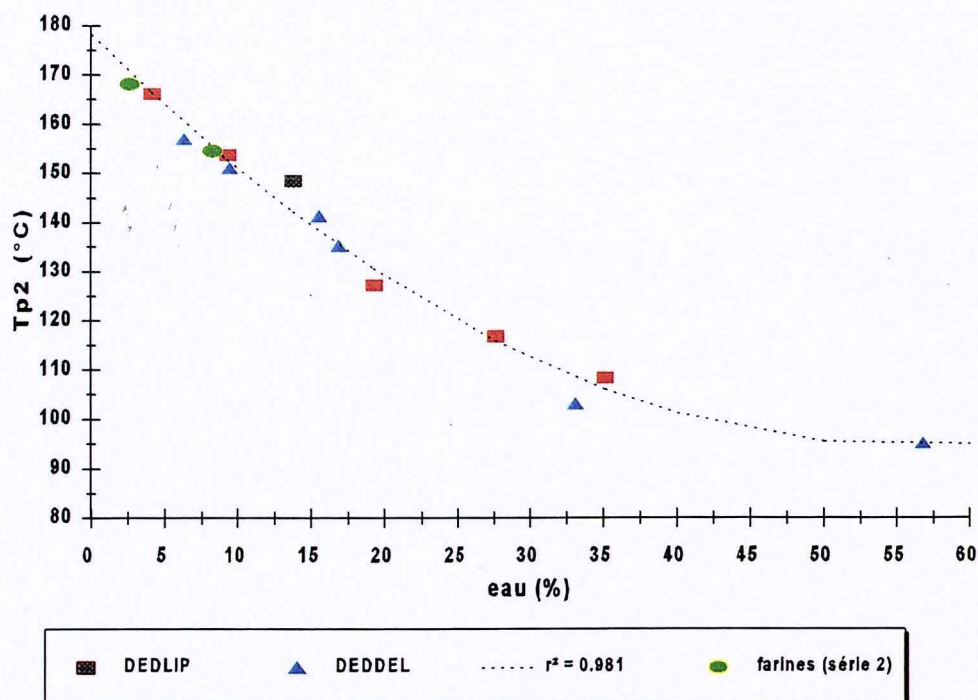


Dans cette étude sur des pâtes, nous nous sommes donc essentiellement intéressés à l'influence des deux facteurs "teneur en eau" et "lipides" sur le pic 2. La teneur en eau a un effet très significatif (tableau I), la température maximale du pic ( $T_{P2}$ ) diminue quand la teneur en eau augmente dans la pâte (figure 4, tableau II). Les lipides ont également un effet significatif sur  $T_{P2}$  (tableau I). Le modèle utilisé est très certainement perfectible car l'évolution de  $T_{P2}$  semble suivre un modèle sigmoïdal, ceci doit être confirmé.

Il faut noter que le modèle présenté sur la figure 4 est un modèle général pour les deux familles de pâtes (lipidée et délipidée). En effet, nous différencierons les deux familles quand nous aurons affiné le modèle et après la répétition de l'expérience.

On peut également remarquer (figure 4) que les résultats obtenus pour  $T_{P2}$  sur farines glandées ne sont pas significativement différents de ceux obtenus pour les pâtes.

En ce qui concerne les variations d'enthalpie,  $\Delta H_2$  augmente avec la teneur en eau dans la pâte.



**Figure 4 :** Relation entre  $T_{P2}$  et la teneur en eau pour des pâtes obtenues à partir d'une farine glandée avec ou sans lipides ( $T_{P2} = a + b \cdot HR + c \cdot HR^2$ ).

**Tableau I :** Résultats obtenus pour l'analyse statistique (Jump) avec comme meilleur modèle :  $T_{p2} = a + b \cdot \text{HR} + c \cdot \text{HR}^2 + d \cdot \text{Lipides}$  ( $r^2 = 0,983$ ).

Source	Nparm	DF	Sum of Squares	F Ratio	Prob>F
HR (%) *	1	1	4279.9555	482.7646	<.0001
lipides [0-1]	1	1	565.2956	63.7634	<.0001
HR x HR	1	1	1239.4826	139.8095	<.0001
a = 180,4 / b = -2,85 / c = 0,0256 / d = 4,288					

\* HR = teneur en eau de la pâte

**Tableau II :** Température maximale ( $T_p$ ) et température d'induction ( $T_i$ ) des pics obtenus pour une farine glandée lipidée ou délipidée.

Echantillon	farine	traitement	% eau	PIC 1		PIC 2		PIC 3	
				$T_{p1}$ (°C)	$T_{i1}$ (°C)	$T_{p2}$ (°C)	$T_{i2}$ (°C)	$T_{p3}$ (°C)	$T_{i3}$ (°C)
DED17	lipidée	farine initiale	4.10	66 (1.6)	59.9 (2.3)	166.2 (0.5)	157.5 (5.7)	183 (1.3)	176 (0)
DED18	lipidée	pâte	9.26	pas de pic		153.8 (1.5)	146.4 (0.8)	176.5 (0.7)	167.2 (0.7)
DED19	lipidée	pâte	13.77	pas de pic		148.5 (2.1)	140.5 (0.1)	--	182.2 (0.8)
DED20	lipidée	pâte	19.25	pas de pic		127.6 (1)	116.3 (1.3)	--	175
DED21	lipidée	pâte	27.58	pas de pic		116.9	104	arrêt à 150°C	
DED22	lipidée	pâte	35.08	pas de pic		108.4 (1.9)	99.7 (0.5)	arrêt à 150°C	
DED23	délipidée	farine initiale	6.31	62.5 (0.4)	52.9 (0.9)	163.6 (0.2)	157 (0.2)	177.3 (1.1)	169.2 (0.3)
DED24	délipidée	pâte	9.43	pas de pic		158.6 (0.3)	151.2 (0.5)	172.9 (1.2)	164.1 (0.2)
DED25	délipidée	pâte	15.5	pas de pic		151.6 (0.5)	141.4 (0.7)	--	156.6 (0.3)
DED26	délipidée	pâte	16.85	pas de pic		147 (1.1)	135.3 (1.2)	--	164.3 (0.5)
DED27	délipidée	pâte	33.11	pas de pic		115.6 (1.7)	103.2 (1.2)	arrêt à 150°C	
DED28	délipidée	pâte	56.78	pas de pic		105.8 (0.8)	95.2 (4.8)	arrêt à 150°C	

**N. B. :** Les valeurs données entre parenthèses correspondent à l'écart type sur 3 répétitions (cf. Annexe 3).



**Tableau III :** Variations d'enthalpie ( $\Delta H$ ) relatives aux transitions observées pour une farine glandée lipidée ou délipidée.

Echantillon	farine	traitement	% eau	PIC 1	PIC 2	PIC 3
				$\Delta H_1$ (J/g)	$\Delta H_2$ (J/g)	$\Delta H_3$ (J/g)
DED17	lipidée	farine initiale	4.10	0.922 (0.235)	1.741 (0.251)	-1.927 (0.161)
DED18	lipidée	pâte	9.26	--	2.678 (0.423)	-2.84 (1.52)
DED19	lipidée	pâte	13.77	--	4.218 (2.7)	--
DED20	lipidée	pâte	19.25	--	4.72 (1.03)	--
DED21	lipidée	pâte	27.58	--	4.3	--
DED22	lipidée	pâte	35.08	--	3.25 (0.93)	--
DED23	délipidée	farine initiale	6.33	2.33 (0.3)	2.28 (0.21)	-7.33 (1.17)
DED24	délipidée	pâte	9.43	pas de pic	3.61 (0.12)	-7.97 (1.17)
DED25	délipidée	pâte	15.5	pas de pic	6.19 (0.53)	--
DED26	délipidée	pâte	16.85	pas de pic	5.43 (0.69)	--
DED27	délipidée	pâte	33.11	--	5.86 (0.33)	--
DED28	délipidée	pâte	56.78	--	0.86 (0.07)	--

**N. B. :** Les valeurs données entre parenthèses correspondent à l'écart type sur 3 répétitions (cf. Annexe 3).



### III - CONCLUSION.

Ces études réalisées sur des pâtes de farines glandées (délipidées ou non) ont montré que l'eau a un effet très significatif sur le pic 2, celui-ci se déplace vers les basses températures quand la teneur en eau augmente. Les lipides ont également une influence, moins prononcée, sur le pic 2.

La variation d'enthalpie ( $\Delta H_2$ ), correspondant au pic 2, augmente avec la teneur en eau dans la pâte.

Les lipides ont également une influence sur le comportement thermique mais beaucoup moins prononcée que la teneur en eau.

Ce pic 2, endothermique, dont la température maximale se déplace en augmentant la teneur en eau (plastifiant des protéines) pourrait être attribué à la transition vitreuse ( $T_g$ ). Ce point sera vérifié dans l'étude suivante.

### IV - RÉFÉRENCES.

- [1] E. J. Donth, *Relaxations and thermodynamics in polymers - glass transition*. Akademie Verlag GmbH, Berlin (1992).
- [2] S. H. Chough et D. H. Chang, *J. Appl. Polym. Sci.*, 61, 449 (1996).
- [3] D. W. Brazier et N. V. Schwartz, *Thermochimica Acta*, 39, 7 (1980).
- [4] B. D. Park, B. Riedl, E. W. Hsu et J. Shields, *Polymer*, 40, 1689 (1998).
- [5] K. C. Cheng, K. C. Lia, W. Y. Chiu, *J. Appl. Polym. Sci.*, 71, 721 (1999).
- [6] S. Kitamura et J. Sturtevant, *Biochemistry*, 28, 3788 (1989).
- [7] M. Otamari, P. Adlercreutz et B. Mattiasson, *Biotechnology and bioengineering*, 44, 73 (1994).
- [8] A. Ginsburg et M. Zolkiewski, *Biochemistry*, 30, 9421 (1991).
- [9] H. J. Kersting, W. Kempf, DSC investigation on vital gluten, *Starch /starke*, 43, 1, 32 (1991).
- [10] D. J. Wright, D. Boulter, DSC study of meals and constituents of some food grain legumes, *J. Sci. Food Agric.*, 31, 1231 (1980).
- [11] P. I. A. Sobral, F. C. Menegalli, S. Guilbert, *Workshop on biopolymer Science : Food and non food applications*, 28 - 30 septembre 1998, Montpellier.
- [12] F. Bonfils, V. Vialettes, C. Marquié, Etude de la farine de coton par DSC : I - Influence de la teneur en eau et de la granulométrie, rapport interne CA (1999).

## Annexe 1 : Préparation des pâtes

La farine utilisée a été broyée au moulin à café, filtrée sur un tamis de porosité d'1 mm, afin d'éliminer les grains supérieurs à 1 mm, et laissée dans un dessiccateur sur  $P_2O_5$  au moins 10 jours.

Le mélangeur utilisé est un IKA HKD - T 0,6.

- 1) Peser précisément environ 150 g de farine, les conserver sur  $P_2O_5$  jusqu'à introduction dans le mélangeur.
- 2) Placer la farine dans le malaxeur et le faire tourner quelques secondes.
- 3) Ajouter la quantité d'eau nécessaire à la farine pour qu'elle représente 10 % (poids / poids par rapport à la farine). La farine est malaxée pendant 10 mm.
- 4) Prélever une prise d'essai d'environ 1 g dans une boîte à tare, pour faire la mesure du taux d'humidité. Avant de peser précisément ce gramme et de l'introduire dans l'étuve, réaliser 3 prélèvements d'environ 15 mg, dans des capsules DSC.
- 5) Ajouter la quantité d'eau nécessaire à la pâte pour atteindre environ 15 % (poids / poids par rapport à la farine). Malaxer à nouveau 10 mm.
- 6) Prélever une prise d'essai d'environ 1 g dans une boîte à tare, pour faire la mesure du taux d'humidité. Avant de peser précisément ce gramme et de l'introduire dans l'étuve, réaliser 3 prélèvements d'environ 15 mg, dans des capsules DSC.
- 7) Ajouter la quantité d'eau nécessaire à la pâte pour atteindre environ 20 % (poids / poids par rapport à la farine). Malaxer à nouveau 10 mm.
- 8) Prélever une prise d'essai d'environ 1 g dans une boîte à tare, pour faire la mesure du taux d'humidité. Avant de peser précisément ce gramme et de l'introduire dans l'étuve, réaliser 3 prélèvements d'environ 15 mg, dans des capsules DSC.
- 9) Ajouter la quantité d'eau nécessaire à la pâte pour atteindre environ 30 % (poids / poids par rapport à la farine). Malaxer à nouveau 10 mm.
- 10) Prélever une prise d'essai d'environ 1 g dans une boîte à tare, pour faire la mesure du taux d'humidité. Avant de peser précisément ce gramme et de l'introduire dans l'étuve, réaliser 3 prélèvements d'environ 15 mg, dans des capsules DSC.
- 11) Ajouter la quantité d'eau nécessaire à la pâte pour atteindre environ 40 % (poids / poids par rapport à la farine). Malaxer à nouveau 10 mm.
- 12) Prélever une prise d'essai d'environ 1 g dans une boîte à tare, pour faire la mesure du taux d'humidité. Avant de peser précisément ce gramme et de l'introduire dans l'étuve, réaliser 3 prélèvements d'environ 15 mg, dans des capsules DSC.

La quantité d'eau à ajouter ( $m_{H_2O}^a$ ) à une farine de teneur en eau donnée ( $HR_0$ ) pour obtenir une pâte renfermant "X" % d'eau est donnée par la formule suivante :



$$m^a_{H_2O} = m^t_F \frac{(X - HR_0)}{(100 - X)}$$

Avec :  $m^t_F$  = masse totale de farine utilisée  
 $m^a_{H_2O}$  : masse d'eau à ajouter  
 $m^t$  = masse totale (farine + eau ajoutée) =  $m^t_F + m^a_{H_2O}$

**exemple :** Si l'on utilise 150 g de farine ( $m^t_F$ ) renfermant 10 % d'eau ( $HR_0$ ) et que l'on souhaite préparer une pâte à 20 % d'eau (X), on rajoutera  $m^a_{H_2O}$  grammes d'eau, avec :

$$m^a_{H_2O} = 150 \times \frac{(20 - 10)}{(100 - 20)}$$

soit :  $m^a_{H_2O} = 18,75 \text{ g}$  soit 19 ml

## **Annexe 2 : Procédure utilisée en DSC (PROCDS1)**

L'appareillage utilisé est la DSC-7 de Perkin Elmer.

- 1) Chaque matin la stabilité de la ligne de base est vérifiée.
- 2) On procède à un tirage aléatoire pour l'ordre de passage de chaque échantillon.
- 2) Peser précisément environ 15 mg de farine dans la capsule DSC, celle-ci est ensuite scellée.
- 3) Placer la capsule DSC dans la four échantillon, le four référence renferme une capsule vide, et réaliser une première rampe de 25°C à 100°C à raison de 10°C/min (indice "A" dans le nom de l'échantillon). On laisse le four revenir à 25°C et on réalise une deuxième rampe de 25°C à 190°C à raison de 10°C/min (indice "B" dans le nom de l'échantillon).
- 4) Le thermogramme est ensuite normalisé et on procède aux calculs des  $T_p$ ,  $T_i$  et  $\Delta H$ .



### Annexe 3 : Ensemble des résultats obtenus

échantillon	date	masse	Tp1	Ti1	aire 1	Tp2	Ti2	aire 2	Tp3	Ti3	aire 3	Ti4
	analyse	(mg)	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)
DED17_1	15/03/99	15.14	67.183	57.666	1.193	166.71	150.932	1.459	183.929	175.995	-1.813	170.43
DED17_2	17/03/99	16.07	66.624	62.238	0.777	165.85	160.64	1.939	182.152	175.96	-2.041	169.4
DED17_3	17/03/99	12.17	64.152	59.925	0.796	165.885	160.918	1.825				170.02
		<b>moyenne</b>	<b>66.0</b>	<b>59.9</b>	<b>0.922</b>	<b>166.1</b>	<b>157.5</b>	<b>1.741</b>	<b>183.0</b>	<b>176.0</b>	<b>-1.927</b>	<b>170.0</b>
		<b>é. t.</b>	<b>1.61</b>	<b>2.29</b>	<b>0.235</b>	<b>0.49</b>	<b>5.69</b>	<b>0.251</b>	<b>1.3</b>	<b>0.0</b>	<b>0.161</b>	<b>0.52</b>
		<b>dispersion</b>	<b>2.4</b>	<b>3.8</b>	<b>25.5</b>	<b>0.3</b>	<b>3.6</b>	<b>14.4</b>	<b>0.7</b>	<b>0.0</b>	<b>-8.4</b>	<b>0.3</b>

échantillon	date	masse	Tp1	Ti1	aire 1	Tp2	Ti2	aire 2	Tp3	Ti3	aire 3	Ti4
	analyse	(mg)	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)
DED18_1	15/03/99	11.59	pas de	pic		154.925	146.81	2.725	177.32	166.49	-3.674	160.536
DED18_2	17/03/99	13.09	pas de	pic		152.084	145.485	2.233	176.251	169.926	-1.082	157.622
DED18_3	18/03/99	12	pas de	pic		154.388	146.802	3.075	175.967	165.231	-3.761	159.919
		<b>moyenne</b>				<b>153.8</b>	<b>146.4</b>	<b>2.678</b>	<b>176.5</b>	<b>167.2</b>	<b>-2.839</b>	<b>159.4</b>
		<b>é. t.</b>				<b>1.5</b>	<b>0.8</b>	<b>0.423</b>	<b>0.7</b>	<b>2.4</b>	<b>1.522</b>	<b>1.5</b>
		<b>dispersion</b>				<b>1.0</b>	<b>0.5</b>	<b>15.8</b>	<b>0.4</b>	<b>1.5</b>	<b>-53.6</b>	<b>1.0</b>

échantillon	date	masse	Tp1	Ti1	aire 1	Tp2	Ti2	aire 2	Tp3	Ti3	aire 3	Ti4
	analyse	(mg)	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)
DED19_1	15/03/99	15.83	pas de	pic		140.577	130.48	5.376	Tp >	190°C		182.17
DED19_2	17/03/99	14.77	pas de	pic		140.42	131.617	3.059	Tp >	190°C		181.07
		<b>moyenne</b>				<b>140.5</b>	<b>131.0</b>	<b>4.218</b>				<b>181.6</b>
		<b>é. t.</b>				<b>0.1</b>	<b>0.8</b>	<b>1.638</b>				<b>0.8</b>
		<b>dispersion</b>				<b>0.1</b>	<b>0.6</b>	<b>38.8</b>				<b>0.4</b>

échantillon	date	masse	Tp1	Ti1	aire 1	Tp2	Ti2	aire 2	Tp3	Ti3	aire 3	Ti4
	analyse	(mg)	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)
DED20_1	15/03/99	14.28	pas de	pic		127.12	115.7	3.607	Tp >	190°C		170.02
DED20_2	17/03/99	14.33	pas de	pic		126.874	115.36	4.934	Tp >	190°C		176.552
DED20_3	18/03/99	12.89	pas de	pic		128.8	117.8	5.625	Tp >	190°C		178.408
		moyenne				127.6	116.3	4.722				175.0
		é. t.				1.0	1.3	1.026				4.4
		dispersion				0.8	1.1	21.7				2.5

échantillon	date	masse	Tp1	Ti1	aire 1	Tp2	Ti2	aire 2	Tp3	Ti3	aire 3	Ti4
	analyse	(mg)	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)
DED21_1	16/23/99	7.96	pas de	pic		108.181	99.781	3.476	arrêt	rampe	à 150°C	
DED21_3	18/03/99	12.31	pas de	pic		116.885	103.951	4.287	arrêt	rampe	à 150°C	
		moyenne				112.5	101.9	3.882				
		é. t.				6.2	2.9	0.573				
		dispersion				5.5	2.9	14.8				

échantillon	date	masse	Tp1	Ti1	aire 1	Tp2	Ti2	aire 2	Tp3	Ti3	aire 3	Ti4
	analyse	(mg)	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)
DED22_1	16/23/99	10.65	pas de	pic		108.162	99.873	3.244	arrêt	rampe	à 150°C	
DED22_2	17/03/99	7.83	pas de	pic		110.345	100.135	4.189	arrêt	rampe	à 150°C	
DED22_3	18/03/99	8.75	pas de	pic		106.613	99.17	2.329	arrêt	rampe	à 150°C	
		moyenne				108.4	99.7	3.254				
		é. t.				1.9	0.5	0.930				
		dispersion				1.7	0.5	28.6				

échantillon	date	masse	Tp1	Ti1	aire 1	Tp2	Ti2	aire 2	Tp3	Ti3	aire 3	Ti4
	analyse	(mg)	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)
DED23_1	22/03/99	13.68	62.05	51.933	2.035	163.375	156.771	2.046	177.794	168.985	-7.778	167.334
DED23_2	23/03/99	13.3	62.68	53.204	2.337	163.761	157.126	2.446	178.139	169.484	-8.211	167.609
DED23_3	23/03/99	15.56	62.857	53.578	2.629	163.525	156.997	2.348	176.014	168.99	-6.007	167.827



moyenne	62.5	52.9	2.334	163.6	157.0	2.280	177.3	169.2	-7.332	167.6
é. t.	0.42	0.86	0.297	0.19	0.18	0.208	1.1	0.3	1.168	0.25
C. V.	0.7	1.6	12.7	0.1	0.1	9.1	0.6	0.2	-15.9	0.1

échantillon	date	masse	Tp1	Ti1	aire 1	Tp2	Ti2	aire 2	Tp3	Ti3	aire 3	Ti4
	analyse	(mg)	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)
DED24_1	22/03/99	12.82	pas de	pic		158.179	150.597	3.465	173.836	163.982	-8.914	162.874
DED24_2	23/03/99	15.55	pas de	pic		158.685	151.482	3.649	171.538	163.996	-6.665	163.143
DED24_3	23/03/99	12.99	pas de	pic		158.825	151.479	3.700	173.242	164.318	-8.324	163.43
	moyenne					158.6	151.2	3.605	172.9	164.1	-7.968	163.1
	é. t.					0.34	0.51	0.124	1.2	0.2	1.166	0.28
	C. V.					0.2	0.3	3.4	0.7	0.1	-14.6	0.2

échantillon	date	masse	Tp1	Ti1	aire 1	Tp2	Ti2	aire 2	Tp3	Ti3	aire 3	Ti4
	analyse	(mg)	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)
DED25_1	22/03/99	13.1	pas de	pic		151.65	141.367	6.743	Tp >	190°C		156.787
DED25_2	23/03/99	14.33	pas de	pic		152.059	142.077	5.686	Tp >	190°C		156.297
DED25_3	23/03/99	14.65	pas de	pic		151.059	140.687	6.143	Tp >	190°C		156.696
	moyenne					151.6	141.4	6.191				156.6
	é. t.					0.50	0.70	0.530				0.26
	C. V.					0.3	0.5	8.6				0.2

échantillon	date	masse	Tp1	Ti1	aire 1	Tp2	Ti2	aire 2	Tp3	Ti3	aire 3	Ti4
	analyse	(mg)	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)
DED26_1	22/03/99	15.07	pas de	pic		146.351	134.316	4.849	Tp >	190°C		164.627
DED26_2	23/03/99	11.59	pas de	pic		146.273	134.882	6.004	Tp >	190°C		163.727
DED26_3	25/03/99	12.8	pas de	pic		148.275	136.661	6.091	Tp >	190°C		164.442
	moyenne					147.0	135.3	5.648				164.3
	é. t.					1.13	1.22	0.693				0.48
	C. V.					0.8	0.9	12.3				0.3

échantillon	date analyse	masse (mg)	Tp1 (°C)	Ti1 (°C)	aire 1 J / g	Tp2 (°C)	Ti2 (°C)	aire 2 J / g	Tp3 (°C)	Ti3 (°C)	aire 3 J / g	Ti4 (°C)
DED27_1	22/03/99	15.34	pas de	pic		113.841	102.715	5.515	arrêt	rampe à	150 °C	
DED27_2	23/03/99	13.17	pas de	pic		115.927	102.287	5.894	arrêt	rampe à	150 °C	
DED27_3	25/03/99	13.77	pas de	pic		117.146	104.599	6.179	arrêt	rampe à	150 °C	
		moyenne				115.6	103.2	5.863				
		é. t.				1.67	1.23	0.333				
		C. V.				1.4	1.2	5.7				

échantillon	date analyse	masse (mg)	Tp1 (°C)	Ti1 (°C)	aire 1 J / g	Tp2 (°C)	Ti2 (°C)	aire 2 J / g	Tp3 (°C)	Ti3 (°C)	aire 3 J / g	Ti4 (°C)
DED28_1	22/03/99	10.33	pas de	pic		106.201	97.28	0.933	arrêt	rampe à	150 °C	
DED28_2	23/03/99	8.73	pas de	pic		106.317	98.634	0.850	arrêt	rampe à	150 °C	
DED28_3	25/03/99	9.81	pas de	pic		104.902	89.679	0.785	arrêt	rampe à	150 °C	
		moyenne				105.8	95.2	0.856				
		é. t.				0.79	4.83	0.074				
		C. V.				0.7	5.1	8.7				

échantillon	date analyse	masse (mg)	Tp1 (°C)	Ti1 (°C)	aire 1 J / g	Tp2 (°C)	Ti2 (°C)	aire 2 J / g	Tp3 (°C)	Ti3 (°C)	aire 3 J / g	Ti4 (°C)
pois1	25/03/99	12.33	pas de	pic		pas de	pic		Tp >	190°C		159.84
pois2	25/03/99	9.64	pas de	pic		pas de	pic		Tp >	190°C		159.27
		moyenne										159.6
		é. t.										0.4
		C. V.										0.3

échantillon	date analyse	masse (mg)	Tp1 (°C)	Ti1 (°C)	aire 1 J / g	Tp2 (°C)	Ti2 (°C)	aire 2 J / g	Tp3 (°C)	Ti3 (°C)	aire 3 J / g	Ti4 (°C)
tournesol1	25/03/99	12.35	pas de	pic		pas de	pic		Tp >	190°C		154.44
tournesol2	25/03/99	8.45	pas de	pic		pas de	pic		Tp >	190°C		153.562



moyenne	154.0
é. t.	0.6
C. V.	0.4

échantillon	date	masse	Tp1	Ti1	aire 1	Tp2	Ti2	aire 2	Tp3	Ti3	aire 3	Ti4
	analyse	(mg)	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)
raisin1	25/03/99	13.07	pas de	pic		pas de	pic		Tp >	190°C		181.216
raisin2	25/03/99	14.42	pas de	pic		pas de	pic		Tp >	190°C		181.936
			moyenne									181.6
			é. t.									0.5
			C. V.									0.3